

# **Document made available under the Patent Cooperation Treaty (PCT)**

International application number: PCT/JP05/002246

International filing date: 15 February 2005 (15.02.2005)

Document type: Certified copy of priority document

Document details: Country/Office: JP  
Number: 2004-044734  
Filing date: 20 February 2004 (20.02.2004)

Date of receipt at the International Bureau: 07 April 2005 (07.04.2005)

Remark: Priority document submitted or transmitted to the International Bureau in compliance with Rule 17.1(a) or (b)



World Intellectual Property Organization (WIPO) - Geneva, Switzerland  
Organisation Mondiale de la Propriété Intellectuelle (OMPI) - Genève, Suisse

日本国特許庁  
JAPAN PATENT OFFICE

18.02.2005

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

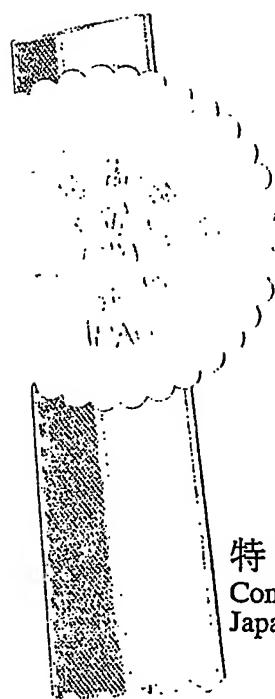
This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日      2004年  2月20日  
Date of Application:

出願番号      特願2004-044734  
Application Number:

[ST. 10/C] : [JP 2004-044734]

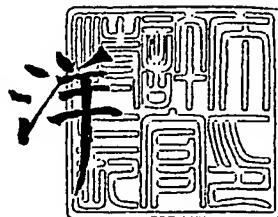
出願人      五鈴精工硝子株式会社  
Applicant(s): 独立行政法人産業技術総合研究所



2005年 3月24日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

小川



**【書類名】** 特許願  
**【整理番号】** 8232003JP  
**【提出日】** 平成16年 2月20日  
**【あて先】** 特許庁長官殿  
**【国際特許分類】** G02B 3/00  
**【発明者】**  
**【住所又は居所】** 大阪府大阪市西成区南津守6丁目3番地6号 五鈴精工硝子株式会社内  
**【氏名】** 末次 龍也  
**【発明者】**  
**【住所又は居所】** 大阪府大阪市西成区南津守6丁目3番地6号 五鈴精工硝子株式会社内  
**【氏名】** 古南 典正  
**【発明者】**  
**【住所又は居所】** 大阪府大阪市西成区南津守6丁目3番地6号 五鈴精工硝子株式会社内  
**【氏名】** 大谷 剛司  
**【発明者】**  
**【住所又は居所】** 大阪府大阪市西成区南津守6丁目3番地6号 五鈴精工硝子株式会社内  
**【氏名】** 加賀 尚子  
**【発明者】**  
**【住所又は居所】** 大阪府大阪市西成区南津守6丁目3番地6号 五鈴精工硝子株式会社内  
**【氏名】** 横井 宏明  
**【発明者】**  
**【住所又は居所】** 大阪府大阪市西成区南津守6丁目3番地6号 五鈴精工硝子株式会社内  
**【氏名】** 高田 実  
**【発明者】**  
**【住所又は居所】** 大阪府大阪市西成区南津守6丁目3番地6号 五鈴精工硝子株式会社内  
**【氏名】** 垂水 孝至  
**【発明者】**  
**【住所又は居所】** 大阪府大阪市西成区南津守6丁目3番地6号 五鈴精工硝子株式会社内  
**【氏名】** 栄西 俊彦  
**【発明者】**  
**【住所又は居所】** 大阪府池田市緑丘1丁目8番31号 独立行政法人産業技術総合研究所関西センター内  
**【氏名】** 角野 広平  
**【特許出願人】**  
**【持分】** 33/100  
**【識別番号】** 591110654  
**【氏名又は名称】** 五鈴精工硝子株式会社  
**【特許出願人】**  
**【持分】** 34/100  
**【識別番号】** 301021533  
**【氏名又は名称】** 独立行政法人産業技術総合研究所  
**【代表者】** 理事長 吉川 弘之

## 【特許出願人】

【持分】 33/100

【識別番号】 503360115

【氏名又は名称】 独立行政法人科学技術振興機構

## 【代理人】

【識別番号】 100065215

【弁理士】

【氏名又は名称】 三枝 英二

【電話番号】 06-6203-0941

【持分の割合】 66/100

## 【手数料の表示】

【予納台帳番号】 001616

【納付金額】 13,860円

## 【提出物件の目録】

【物件名】 特許請求の範囲 1

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 9704779

**【書類名】特許請求の範囲****【請求項1】**

アルカリ金属成分をガラス構成成分として含むガラス基材に、リチウム化合物、カリウム化合物、ルビジウム化合物、セシウム化合物、銀化合物及びタリウム化合物から選ばれる少なくとも1種、有機樹脂並びに有機溶剤を含有するペーストを塗布し、ガラス基材の軟化温度より低い温度で熱処理することを特徴とする光学素子の製造方法。

**【請求項2】**

ガラス基材が、アルカリ金属成分を酸化物換算で2重量%以上含むガラスからなり、該ガラスがケイ酸塩ガラス、ホウケイ酸塩ガラス、リン酸塩ガラス又は弗リン酸塩ガラスである請求項1記載の製造方法。

**【請求項3】**

請求項1又は2に記載の製造方法により製造された光学素子。

**【請求項4】**

屈折率分布型レンズ、屈折率分布型レンズアレイ、光導波路又は回折格子である請求項3記載の光学素子。

**【請求項5】**

スラブ型又はチャネル型光導波路である請求項4記載の光学素子。

【書類名】明細書

【発明の名称】光学素子の製造方法

【技術分野】

【0001】

本発明は、光学素子の製造方法であって、特に少なくとも一部に屈折率が異なる領域を有するガラスからなる光学素子の製造方法に関する。

【背景技術】

【0002】

従来、光通信分野において、光ファイバを伝播してきた信号光を該光ファイバの外部に平行光として取り出したり、またその逆に、平行光を光ファイバの端面に集束させて該光ファイバに入射させたりするために、光ファイバコリメータが使用されている。かかる光ファイバコリメータでは、一対のコリメータレンズ間に光機能素子（例えば、光学フィルタ、光アイソレータ、光スイッチ、光変調器等）を挿入することにより、入射側の単一モード光ファイバを伝播してきた信号光に所定の作用を及ぼした後、信号光を受光側の単一モード光ファイバに集束させて再伝播することができる。

【0003】

光ファイバコリメータに用いられるコリメートレンズとしては、種々の形状のレンズが用いられているが、球面レンズ及び形状の複雑な非球面レンズと比べて、製造時の研磨加工等が容易であるという理由により、円柱状の屈折率分布型レンズ（ロッドレンズ、GRINレンズ等とも称されている）が一般に使用されている。この屈折率分布型レンズが光の集束等に代表されるレンズ機能を有するのは、ロッドガラス内部の屈折率が中心から半径方向に亘って連続的な分布を有しているからである。

【0004】

このような屈折率分布型レンズの製造方法としては、従来、ガラスロッドの半径方向に屈折率分布を形成させるために、例えば、イオン交換法、二重ルツボ法、CVD法（気相堆積法）、ゾルーゲル法、ロッドインチューブ法等が知られている。このうち、イオン交換法は、一価陽イオン（ $K^+$ 、 $Tl^+$ 、 $Ag^+$ 等）を含む溶融塩に均質なガラスロッドを浸漬し、ガラスに含まれる一価陽イオン（ $Na^+$ 等）と溶融塩中の一価陽イオンとを交換することにより屈折率分布を形成する方法であり、最も代表的な製造方法となっている。例えば、特許文献1には、 $Na$ 成分を含有するガラスロッドを、 $Ag^+$ を含む溶融塩を用いてイオン交換を行ってロッドの半径方向に屈折率分布を形成させることにより、屈折率分布型レンズを作製する方法が開示されている。

【0005】

また、このようなイオン交換による屈折率分布を、平板上のガラスに施すことによって作製した、数十ミクロン～サブミリ程度のレンズを並べたマイクロレンズアレイなども、コンピュータボード間のコネクト用や光源のコリメート用として利用されつつある。

【0006】

一方でこのような屈折率分布の形成により作製する光学素子として光導波路があげられる。光導波路の形成方法としては薄膜堆積法が知られており、シリコンなどの基板上にシリカを主成分とする光導波層を堆積する方法である。具体的には、スパッタ法、CVD法、火炎堆積法等が知られている。これらの方法は、いずれも導波路形成のために高真空装置を必要とし、製造工程も複雑なためにコストが高くなるという欠点がある。また、CVD法及び火炎堆積法では、 $SiH_4$ 、 $SiCl_4$ 等の危険なガスを使用することがあり、コスト高の一因となっている。特に、火炎堆積法では、製造プロセスにおいて基板が1200～1300℃程度の高温に晒されるため、基板が劣化し易く、また基板中に内部応力が発生して導波光の偏波依存性が大きくなる等の問題点も有る。

【0007】

光導波路の形成方法としてはイオン交換法も知られており、基板として $Na^+$ イオンを含む多成分ガラスを使用し、これを $K^+$ イオン、 $Tl^+$ イオン、 $Ag^+$ イオン等が含まれる溶融塩に浸漬することにより、ガラス中の $Na^+$ イオンと溶融塩中の $K^+$ 、 $Tl^+$ 、 $Ag^+$ 等のイオンとの間でイオン交換が起こり、ガラス中の $Na^+$ イオン濃度が低下する。

$g^+$  等とを交換する方法である。イオン交換法では、イオン交換の際に電界を印加してイオン交換速度、イオンの拡散速度等を加速することもある。この方法によれば、イオン交換されたガラス部分の屈折率が高くなつて、光導波層を形成することができる。

### 【0008】

このようなイオン交換法は、薄膜堆積法のように高真空を必要とせず、また、溶融塩の温度も通常250～400℃程度であり、製造設備は安価である。しかしながら、イオン交換速度、ガラス基板中でのイオンの拡散速度等は、溶融塩の組成、温度等に影響されるため、溶融塩の組成、温度等の厳密な管理が必要となる。しかも、イオン交換の温度は、溶融塩の溶融温度に左右されるため、溶融塩によるイオン交換法を用いて所望の屈折率プロファイルを持つ光学素子を作製する場合には、溶融塩の組成、温度、時間等のイオン交換条件の決定において高度のノウハウが必要となる。また、イオン交換を溶融塩で行う際には、所望するイオン交換部分以外にイオン交換阻止膜を塗布する必要がある。一般に、イオン交換阻止膜の塗布には、フォトリソグラフィーの技術が利用されるが、このような阻止膜の形成は工程が複雑である。さらに、導入イオンとして空気中で酸化され易いものを用いる場合には、イオン交換を還元雰囲気で行うことにも注意する必要がある。

【特許文献1】特開2001-159702号公報

#### 【発明の開示】

#### 【発明が解決しようとする課題】

### 【0009】

本発明は、薄膜堆積法のように高真空を必要とせず、また溶融塩を用いない光学素子の製造方法を提供することを主な目的とする。

#### 【課題を解決するための手段】

### 【0010】

本発明者は、上記目的を達成すべく鋭意研究を重ねた結果、リチウム化合物、カリウム化合物、ルビジウム化合物、セシウム化合物、銀化合物及びタリウム化合物から選ばれる少なくとも1種を含む特定のペーストを用いて、ガラス基材中にLi<sup>+</sup>イオン、K<sup>+</sup>イオン、Rb<sup>+</sup>イオン、Cs<sup>+</sup>イオン、Ag<sup>+</sup>イオン、Tl<sup>+</sup>イオン等を拡散させることにより、ガラス基材中に屈折率の異なる領域を形成する製造方法によれば、上記目的を達成できることを見出し、本発明を完成するに至った。

### 【0011】

即ち、本発明は、下記の光学素子の製造方法に係るものである。

1. アルカリ金属成分をガラス構成成分として含むガラス基材に、リチウム化合物、カリウム化合物、ルビジウム化合物、セシウム化合物、銀化合物及びタリウム化合物から選ばれる少なくとも1種、有機樹脂並びに有機溶剤を含有するペーストを塗布し、ガラス基材の軟化温度より低い温度で熱処理することを特徴とする光学素子の製造方法。
2. ガラス基材が、アルカリ金属成分を酸化物換算で2重量%以上含むガラスからなり、該ガラスがケイ酸塩ガラス、ホウケイ酸塩ガラス、リン酸塩ガラス又は弗リン酸塩ガラスである上記項1記載の製造方法。
3. 上記項1又は2に記載の製造方法により製造された光学素子。
4. 屈折率分布型レンズ、屈折率分布型レンズアレイ、光導波路又は回折格子である上記項3記載の光学素子。
5. スラブ型又はチャネル型光導波路である上記項4記載の光学素子。

以下、本発明の光学素子の製造方法について詳細に説明する。なお、本発明における光学素子は、ガラス基材の少なくとも一部に形成された、基材とは異なる屈折率を有する領域又は屈折率分布を有する領域を利用して、所望の光学特性を発揮するものを言い、具体的には屈折率分布型レンズ、屈折率分布型レンズアレイ、光導波路、回折格子等が該当する。

### 【0012】

本発明の製造方法では、ガラス基材として、アルカリ金属成分をガラス構成成分として

含むガラス基材を用いることが必要である。

【0013】

該ガラス基材におけるアルカリ金属成分としては、Li、Na、K、Rb、Cs等を例示でき、これらの中で、Li、Na、K等が好ましく、特にNaが好ましい。これらのアルカリ金属成分は、イオンの状態で存在してもよく、酸化物として存在してもよい。また、アルカリ金属成分は、一種のみ存在しても良く、二種以上が同時に存在しても良い。

【0014】

該ガラス基材におけるアルカリ金属成分の含有量は、酸化物換算で2重量%程度以上とすることが適当であり、5重量%程度以上とすることが好ましく、10重量%程度以上とすることがより好ましい。アルカリ金属成分の上限については特に限定的ではないが、酸化物換算で40重量%程度とすることが適当であり、30重量%程度とすることが好ましく、20重量%程度とすることがより好ましい。

【0015】

本発明では、アルカリ金属成分を含有するガラスであれば特に限定なく使用できる。例えば、ケイ酸塩ガラス、ホウケイ酸塩ガラス、リン酸塩ガラス、弗リン酸塩ガラス等を用いることができる。

【0016】

これらのガラスの具体的な組成については、特に限定ではなく、ケイ酸塩ガラス、ホウケイ酸塩ガラス、リン酸塩ガラス、弗リン酸塩ガラス等として公知の組成のガラスであって、上記したアルカリ金属成分を含有するものであればよい。

【0017】

このようなガラス組成の具体例としては、例えば、酸化物量換算量として、  
1)  $\text{SiO}_2$  : 40~80重量%、好ましくは50~75重量%、 $\text{CaO}$  : 5~25重量%、好ましくは17~20重量%  $\text{Na}_2\text{O}$ 、 $\text{K}_2\text{O}$ 、 $\text{Li}_2\text{O}$ 、 $\text{Rb}_2\text{O}$ 及び $\text{Cs}_2\text{O}$ から選ばれた少なくとも1種: 5~25重量%、好ましくは7~20重量%、 $\text{MgO}$ 、 $\text{BaO}$ 、 $\text{ZnO}$ 、 $\text{SrO}$ 及び $\text{PbO}$ から選ばれた少なくとも1種: 2重量%以下、好ましくは1.5重量%以下、 $\text{Al}_2\text{O}_3$  : 15重量%以下、好ましくは10重量%以下、 $\text{Fe}_2\text{O}_3$ 及び $\text{SO}_3$ の少なくとも1種: 3重量%以下、好ましくは1重量%以下を含むケイ酸塩ガラス；

2)  $\text{SiO}_2$  : 20~80重量%、好ましくは30~75重量%、 $\text{B}_2\text{O}_3$  : 5~50重量%、好ましくは1~30重量%、 $\text{Na}_2\text{O}$ 、 $\text{K}_2\text{O}$ 、 $\text{Li}_2\text{O}$ 、 $\text{Rb}_2\text{O}$ 及び $\text{Cs}_2\text{O}$ から選ばれた少なくとも1種: 2~20重量%、好ましくは5~15重量%、 $\text{MgO}$ 、 $\text{CaO}$ 、 $\text{BaO}$ 、 $\text{ZnO}$ 、 $\text{SrO}$ 及び $\text{PbO}$ から選ばれた少なくとも1種: 30重量%以下、好ましくは25重量%以下、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 、 $\text{La}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Y}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Ta}_2\text{O}_3$ 及び $\text{Gd}_2\text{O}_3$ から選ばれた少なくとも1種: 15重量%以下、好ましくは10重量%以下、 $\text{Nb}_2\text{O}_5$ 及び $\text{ZrO}_2$ から選ばれた少なくとも1種: 2重量%以下、好ましくは1重量%以下、 $\text{As}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Sb}_2\text{O}_3$ 及び $\text{SnO}$ から選ばれた少なくとも1種: 2重量%以下、好ましくは1重量%以下を含むホウケイ酸塩ガラス；

3)  $\text{P}_2\text{O}_5$  : 40~80重量%、好ましくは50~75重量%、 $\text{SiO}_2$  : 20重量%以下、好ましくは10重量%以下、 $\text{Na}_2\text{O}$ 、 $\text{K}_2\text{O}$ 、 $\text{Li}_2\text{O}$ 、 $\text{Rb}_2\text{O}$ 及び $\text{Cs}_2\text{O}$ から選ばれた少なくとも1種: 2~20重量%、好ましくは5~15重量%、 $\text{MgO}$ 、 $\text{CaO}$ 、 $\text{BaO}$ 、 $\text{ZnO}$ 、 $\text{SrO}$ 及び $\text{PbO}$ から選ばれた少なくとも1種: 2~250重量%、好ましくは5~45重量%、 $\text{B}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 、 $\text{La}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Y}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Ta}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Nd}_2\text{O}_3$ 及び $\text{Gd}_2\text{O}_3$ から選ばれた少なくとも1種: 15重量%以下、好ましくは10重量%以下、 $\text{Nb}_2\text{O}_5$ 及び $\text{ZrO}_2$ から選ばれた少なくとも1種: 2重量%以下、好ましくは1重量%以下を含むリン酸塩ガラス；

4)  $\text{P}_2\text{O}_5$  : 20~50重量%、好ましくは30~40重量%、 $\text{Al}_2\text{O}_3$  : 5~30重量%、好ましくは10~25重量%、 $\text{Na}_2\text{O}$ 、 $\text{K}_2\text{O}$ 、 $\text{Li}_2\text{O}$ 、 $\text{Rb}_2\text{O}$ 及び $\text{Cs}_2\text{O}$ から選ばれた少なくとも1種: 2~20重量%、好ましくは5~15重量%、 $\text{MgO}$ 、 $\text{CaO}$ 、 $\text{BaO}$ 、 $\text{ZnO}$ 及び $\text{SrO}$ から選ばれた少なくとも1種: 10~50重量%，

好ましくは20～40重量%を基本組成とし、F(フッ素)が上記O(酸素)の一部と置換して得られるフッ素酸塩ガラス；等を例示できる。

#### 【0018】

このようなガラス基材の形状は特に限定されず、最終製品の用途に応じて適宜設定できる。例えば、レンズ、レンズアレイ、光導波路、回折格子等に適した形状が広く採用でき、具体的には、板状、円柱状、角柱状等が挙げられる。例えば、前記した組成のガラス塊を研磨することにより所望形状の基材としたものを使用してもよいし、前記した組成のガラス溶融体を所望形状の基材となるように成型後、必要に応じて研磨したものを使用してもよい。

#### 【0019】

本発明の製造方法では、このようなアルカリ金属成分をガラス構成成分として含むガラス基材を用いて、これにリチウム化合物、カリウム化合物、ルビジウム化合物、セシウム化合物、銀化合物及びタリウム化合物から選ばれる少なくとも1種を含有するペーストを塗布し、ガラス基材の軟化点より低い温度で熱処理を行う。以下、これらの化合物をまとめて金属化合物と称する場合がある。

#### 【0020】

ペーストとしては、リチウム化合物、カリウム化合物、ルビジウム化合物、セシウム化合物、銀化合物及びタリウム化合物から選ばれる少なくとも1種と有機樹脂を有機溶媒に分散させてペースト状としたものを用いる。このようなペーストとしては、ガラス基材に塗布し得る適度な粘度を有し、熱処理によりリチウムイオン、カリウムイオン、ルビジウムイオン、セシウムイオン、銀イオン及びタリウムイオンから選ばれる少なくとも1種を拡散させることのできる上記金属化合物を含有するペースト状物であれば特に限定されない。具体的には、ペースト粘度は、塗布方法、ペースト組成、基材への拡散条件等を考慮して適宜決定すればよい。

#### 【0021】

このようなペーストをガラス基材に塗布し、熱処理を行うことによって、該ペーストに含まれる金属化合物中の金属イオンが、ガラス基材中のアルカリ成分と交換して $\text{Li}^+$ イオン、 $\text{K}^+$ イオン、 $\text{Rb}^+$ イオン、 $\text{Cs}^+$ イオン、 $\text{Ag}^+$ イオン、 $\text{Tl}^+$ イオン等としてガラス基材中に拡散する。そして、拡散部分にはガラス基材とは異なる屈折率を有する部分が形成され、その屈折率は拡散濃度の変化に応じて連続的に分布する。特に、 $\text{Ag}^+$ イオン、 $\text{Tl}^+$ イオン等を拡散させる場合には、屈折率の調整範囲が広いため所望の屈折率分布が得られ易いため好ましい。該ペーストに含まれる金属化合物としては、熱処理によって各金属イオンをガラス基材に拡散可能なイオン結合性金属化合物であれば特に限定されないが、特に無機塩類を用いることが好ましい。各金属化合物の具体例を次に示す。

#### 【0022】

リチウム化合物としては、例えば、 $\text{LiNO}_3$ 、 $\text{LiCl}$ 、 $\text{LiBr}$ 、 $\text{LiI}$ 、 $\text{LiF}$ 、 $\text{Li}_2\text{SO}_4$ 等が挙げられる。この中でも、特に $\text{LiNO}_3$ 、 $\text{Li}_2\text{SO}_4$ 等が好ましい。

#### 【0023】

カリウム化合物としては、例えば、 $\text{KNO}_3$ 、 $\text{KC1}$ 、 $\text{KB}\text{r}$ 、 $\text{KI}$ 、 $\text{KF}$ 、 $\text{K}_2\text{SO}_4$ 等が挙げられる。この中でも、特に $\text{KNO}_3$ 、 $\text{K}_2\text{SO}_4$ 等が好ましい。

#### 【0024】

ルビジウム化合物としては、例えば、 $\text{RbNO}_3$ 、 $\text{RbCl}$ 、 $\text{RbBr}$ 、 $\text{RbI}$ 、 $\text{RbF}$ 、 $\text{Rb}_2\text{SO}_4$ 等が挙げられる。この中でも、特に $\text{RbNO}_3$ 、 $\text{Rb}_2\text{SO}_4$ 等が好ましい。

#### 【0025】

セシウム化合物としては、例えば、 $\text{CsNO}_3$ 、 $\text{CsCl}$ 、 $\text{CsBr}$ 、 $\text{CsI}$ 、 $\text{CsF}$ 、 $\text{Cs}_2\text{SO}_4$ 等が挙げられる。この中でも、特に $\text{CsNO}_3$ 、 $\text{Cs}_2\text{SO}_4$ 等が好ましい。

#### 【0026】

銀化合物としては、例えば、 $\text{AgNO}_3$ 、 $\text{AgCl}$ 、 $\text{AgBr}$ 、 $\text{AgI}$ 、 $\text{AgF}$ 、 $\text{Ag}_2\text{S}$ 、 $\text{Ag}_2\text{SO}_4$ 、 $\text{Ag}_2\text{O}$ 等が挙げられる。この中でも、特に $\text{AgNO}_3$ が好ましい。

### 【0027】

タリウム化合物としては、例えば、 $\text{TlNO}_3$ 、 $\text{TlCl}$ 、 $\text{TlBr}$ 、 $\text{TlI}$ 、 $\text{TlF}$ 、 $\text{Tl}_2\text{S}$ 、 $\text{Tl}_2\text{SO}_4$ 、 $\text{Tl}_2\text{O}$ 等が挙げられる。この中でも、特に $\text{TlNO}_3$ が好ましい。

### 【0028】

これらの金属化合物は、1種単独で使用してもよく、2種以上を混合してもよい。

### 【0029】

該ペーストに含まれる有機樹脂としては、熱処理温度において分解する樹脂を用いればよく、水洗により容易に除去できるものが好ましい。例えば、このような特性を有する、セルロース樹脂、メチルセルロース樹脂、セルロースアセテート樹脂、セルロースニトロート樹脂、セルロースアセテートブチレート樹脂、アクリル樹脂、石油樹脂等が挙げられる。これらの有機樹脂は、1種単独で使用してもよく、2種以上を混合してもよい。

### 【0030】

該ペーストにおいて用いる有機溶剤は、金属化合物及び有機樹脂を容易に分散でき、乾燥時に容易に揮発するものであることが好ましく、具体的には、室温(20℃)では液体であって、50～200℃程度で揮発する溶剤であることが好ましい。このような溶剤の具体例としては、メタノール、エタノール等のアルコール類；ジメチルエーテル、アセトン等のケトン類などを挙げることができる。

### 【0031】

該ペーストにおける各成分の含有量については、特に限定的ではないが、金属化合物100重量部に対して、有機溶剤10～35重量部、好ましくは12～30重量部、樹脂成分25～55重量部、好ましくは30～45重量部程度である。

### 【0032】

該ペーストには、必要に応じて、添加剤を加えても良い。例えば、ペーストの融点を低下させる添加剤としては、 $\text{Na}_2\text{SO}_4$ 、 $\text{NaNO}_3$ 、 $\text{NaCl}$ 、 $\text{NaBr}$ 、 $\text{NaI}$ 等が挙げられる。この中でも、特に $\text{Na}_2\text{SO}_4$ 、 $\text{NaNO}_3$ の少なくとも1種が好ましい。これらの添加剤の配合量については、特に限定的ではないが、金属化合物100重量部に対して、200重量部以下、好ましくは180重量部程度である。

### 【0033】

添加剤も含めた具体的な配合態様については、最終製品の特性に応じて適宜設定できるが、例えば、カリウム化合物、ルビジウム化合物又はセシウム化合物100重量部に対して、有機溶剤2～25重量部、好ましくは5～20重量部、樹脂成分15～45重量部、好ましくは20～40重量部、添加剤3重量部以下である。特に、カリウム化合物として $\text{KNO}_3$ 、ルビジウム化合物として $\text{RbNO}_3$ 、セシウム化合物として $\text{CsNO}_3$ を用いる場合には、この配合態様が好ましい。また、銀化合物又はタリウム化合物100重量部に対して、有機溶剤15～45重量部、好ましくは20～40重量部、樹脂成分50～170重量部、好ましくは70～150重量部、添加剤180重量部以下、好ましくは160重量部以下である。特に、銀化合物として $\text{AgNO}_3$ 、タリウム化合物として $\text{TlNO}_3$ を用いる場合には、この配合態様が好ましい。

### 【0034】

本発明の製造方法では、該ペーストをガラス基材に塗布する。ペーストの塗布形状は特に限定されず、各光学素子の特性に合わせて適宜設定できる。例えば、屈折率分布型レンズを作製する場合には、基材の所望部位にレンズとして使用可能な形状にペーストを塗布すればよい。具体的には、円形に塗布する場合には、通常は半径が5μm～1mm、好ましくは10μm～0.5mm程度である。他方、レンズアレイを作製する場合には、所望のレンズパターンに合わせてパターニング間隔、円又はドットの大きさ等を調整すればよい。パターニング間隔は特に限定的ではないが、通常1cm以下、好ましくは500μm

以下、より好ましくは $250\mu\text{m}$ 以下である。

#### 【0035】

塗布方法については特に限定ではなく、公知の塗布方法を適宜採用すれば良く、例えば、スピーンコート、スプレーコート、ディップコート等の方法を適用できる。また、屈折率分布型微小レンズ（マイクロレンズ）を作製する場合には、注射器等によりペーストを基材上に滴下してもよいし、精密な円形微小ドットを形成する印刷技法（例えば、インクジェット法を使用した印刷）等を利用してもよい。

#### 【0036】

また、光導波路又は回折格子を作製する場合には、線形にパターニングすればよい。線形のパターニングには、染色等に用いられるスクリーニング（スクリーン印刷）を利用してもよい。線状にパターニングする場合には、線形幅は光学素子（光導波路、回折格子等）の所望の特性に応じて適宜設定できるが、光導波路であれば、通常 $100\mu\text{m}$ 以下、好ましくは $50\mu\text{m}$ 以下、より好ましくは $30\mu\text{m}$ 以下であり、回折格子であれば、通常 $500\mu\text{m}$ 以下、好ましくは $200\mu\text{m}$ 以下、より好ましくは $100\mu\text{m}$ 以下である。さらに、より精密なパターンを形成する場合には、フォトリソグラフィー法によって、ガラス基材表面に無機膜によるパターニングを行い、ガラス基材の露出部分に金属化合物を含むペーストを塗布すればよい。

#### 【0037】

以下、光導波路の形成手順の一例であって、フォトリソグラフィー法によってガラス基材表面に無機膜によりパターニングを行い、ガラス基材の露出部分に金属化合物を含むペーストを塗布後、熱処理することにより、チャネル型の光導波路を形成する手順について簡単に説明する。

#### 【0038】

まず、ガラス基材上にAl、Ti、Ag等の金属、 $\text{SiO}_2$ 等の酸化物等を蒸着して、無機膜を形成する。蒸着された無機膜の厚さは特に限定的ではないが、 $0.25\sim1\mu\text{m}$ 程度とすることが好ましく、 $0.25\sim0.5\mu\text{m}$ 程度とすることがより好ましい。無機膜を蒸着後、その上にフォトレジスト剤を塗布する。フォトレジスト剤としては、市販の有機系のフォトレジスト剤を使用すればよい。塗布方法も特に制限はないが、例えば、スピーンコート、スプレーコート、ディップコート等の方法を採用できる。次に、このフォトレジスト剤の上にパターニングを施した金属板を置き、紫外線により露光後、現像してフォトレジスト剤によるパターンを形成する。次いで、このパターンに従って露出部分の無機膜をエッチング等で剥離し、フォトレジスト剤を除去することによってガラス基板表面に無機膜によるパターン皮膜を形成する。次いで、ガラス基板の露出部分に該無機膜上から金属化合物を含むペーストを塗布後、熱処理（条件については後記する）を行うことによって、チャネル型の光導波路を形成することができる。

#### 【0039】

また、光導波路の他の態様として、ガラス基板の全面にペーストを塗布し、熱処理を行うことによって、スラブ型の光導波路を形成することもできる。

#### 【0040】

上記した何れのペースト塗布方法においても、塗布厚は特に限定されず、ペースト中に含まれる金属化合物の種類、含有量等によって適宜設定できるが、通常 $2\text{mm}$ 以下、特に $1.5\text{mm}$ 以下、特に好ましくは $1\text{mm}$ 以下である。

#### 【0041】

ペーストを塗布した後、通常、熱処理に先だって塗膜を乾燥する。乾燥条件については特に限定はなく、溶剤成分が十分に除去されてペーストが乾固せらるよう乾燥すればよく、通常 $100\sim250^\circ\text{C}$ で $30\text{分}\sim1.5\text{時間}$ 、好ましくは $150\sim200^\circ\text{C}$ で $45\text{分}\sim1\text{時間}$ 程度加熱することにより効率よく乾燥することができる。

#### 【0042】

次いで、乾燥した塗膜を熱処理する。熱処理温度は、通常 $250\sim600^\circ\text{C}$ 程度、好ましくは $300\sim550^\circ\text{C}$ 程度の温度範囲であって、ガラス基材の軟化点を下回る温度とす

ればよい。熱処理時間は、温度に応じて適宜設定できるが、通常10分から100時間、好ましくは30分～50時間程度、特に好ましくは1～25時間程度である。熱処理雰囲気は特に限定されず、通常は空気中等の酸素含有雰囲気中でよい。

#### 【0043】

上記した方法によって熱処理を行うことによって、所定の金属イオンがガラス基材に拡散する。拡散した金属イオンは、処理条件によって異なるが、金属イオンの状態、金属酸化物の状態、金属微粒子の状態等で存在し、拡散部分については、ガラス基材部分とは屈折率が異なるものとなる。屈折率の分布は連続的なものであり、通常はペーストを塗布した基材表面の屈折率が最大であり、拡散深度が大きくなるほど屈折率は小さくなる。また、例えば、円形に塗布した場合には、円の中心部から半径方向に亘って連続的に屈折率が小さくなる。このように、基材と異なる屈折率分布又は屈折率分布領域が形成されることにより、所定の光学特性を発揮し得る素子構造が得られる。

#### 【0044】

熱処理後は、通常、室温まで放冷し、基材上に残っているペースト残留物を水洗すればよい。

#### 【0045】

勿論、本発明の製造方法は、上記具体的に示した光学素子の製造のみならず、基材に付与した屈折率変化又は屈折率分布を光学的に利用できる素子の製造に有用である。

#### 【発明の効果】

#### 【0046】

本発明の製造方法によれば、アルカリ金属成分を含むガラス基材に、特定の金属化合物を含むペーストを塗布し、空气中等で加熱するという簡単な操作によって、ガラス基材の所望部分に基材とは屈折率の異なる領域又は屈折率分布を形成して、かかる屈折率の差異又は屈折率分布を利用した光学素子を製造することができる。この方法によれば、煩雑な製造工程を要することなく、低コストで光学素子を製造できる。

#### 【0047】

また、溶融塩を用いないため、溶融塩の厳密な管理が必要なく、熱処理温度及びペースト中の金属化合物濃度を独立に制御することができる。さらに、溶融塩に浸漬するのと異なり、基材上の所望部位にペーストを塗布するため、基材上に阻止膜等のマスクを形成する必要がない。

#### 【発明を実施するための最良の形態】

#### 【0048】

以下に実施例を示し、本発明をより具体的に説明する。但し、本発明は実施例に限定されない。

#### 【0049】

#### 実施例1

市販 $\text{SiO}_2 - \text{B}_2\text{O}_3 - \text{Na}_2\text{O}$ 系ホウケイ酸塩ガラス（型番：BK7、ショット製）を基材（大きさ $20 \times 20 \times 3$ （単位：mm））として用いて、下記の方法で光導波路を作製した。

#### 【0050】

先ず、ガラス基材を洗浄後、片面に $\text{AgNO}_3 : 2.5$ 重量%、 $\text{NaNO}_3 : 4.0$ 重量%、アクリル樹脂：1.5重量%、セルロース樹脂：1.5重量%及びターピネオール：5重量%からなるペーストをスクリーニングによりY字線状（線幅 $100 \mu\text{m}$ ）に塗布した。ペースト厚さは1mmとなるように塗布した。

#### 【0051】

次いで、ペーストを塗布したガラス基材を $200^\circ\text{C}$ で1時間乾燥後、空气中 $300^\circ\text{C}$ で3時間熱処理を行った。

#### 【0052】

熱処理後の試料について、EDX（エネルギー分散型X線分析装置）により銀の分布を測定することにより、銀がY字線に沿って分布していることを確認した。銀の分布測定結

果を図1に示す。図中(a)は光導波路の始点であり、(b)は終点である。なお、実施例1では、Y字の下端を始点、上端2箇所を終点としている。

#### 【0053】

また、深さ方向の屈折率の分布を調べたところ、ガラス基板との屈折率差が最大で約 $5 \times 10^{-2}$ 増大し、表面から約 $4 \mu\text{m}$ まで屈折率分布が生じていた。深さ方向の屈折率分布測定結果を図2に示す。

#### 【0054】

さらに、上記方法にてスラブ型光導波路を作製し、プリズムカップリング法において、作製したガラス表面からの反射強度を測定したところ、光が導波することを確認した。図3に、測定角と検出強度との関係を示す。

#### 【0055】

##### 実施例2

市販 $\text{SiO}_2 - \text{CaO} - \text{Na}_2\text{O}$ 系ケイ酸塩ガラスを基材（型番：B270、ショット製）（大きさ $20 \times 20 \times 3$ （単位：mm））として用いて、下記の方法でマイクロレンズを作製した。

#### 【0056】

先ず、ガラス基材を洗浄後、片面に $\text{AgNO}_3$ ：25重量%、 $\text{NaNO}_3$ ：40重量%、アクリル樹脂：15重量%、セルロース樹脂：15重量%及びターピネオール：5重量%からなるペーストを注射器滴下により円状（直径 $400 \mu\text{m}$ ）に塗布した。ペースト厚さは1mmとなるように塗布した。

#### 【0057】

次いで、ペーストを塗布したガラス基材を $200^\circ\text{C}$ で1時間乾燥後、空气中 $300^\circ\text{C}$ で3時間熱処理を行った。

#### 【0058】

熱処理後の試料について、EDX（エネルギー分散型X線分析装置）により銀の分布を測定することにより、銀が円状に分布していることを確認した。銀の分布測定結果を図4に示す。銀の分布は、塗布したペースト表面（即ち、ガラス表層面）の銀の分布を測定したものである。

#### 【0059】

また、深さ方向に対して屈折率の分布を調べたところ、ガラス基板との屈折率差が最大で約 $1 \times 10^{-2}$ 増大し、塗布した円の中心部において、表面から約 $6 \mu\text{m}$ まで屈折率の分布が生じていることがわかった。

##### 【図面の簡単な説明】

#### 【0060】

【図1】実施例1で作製したY字状光導波路における銀の分布を示す図である、図中、(a)は導波路始点を示し、(b)は導波路終点を示す。

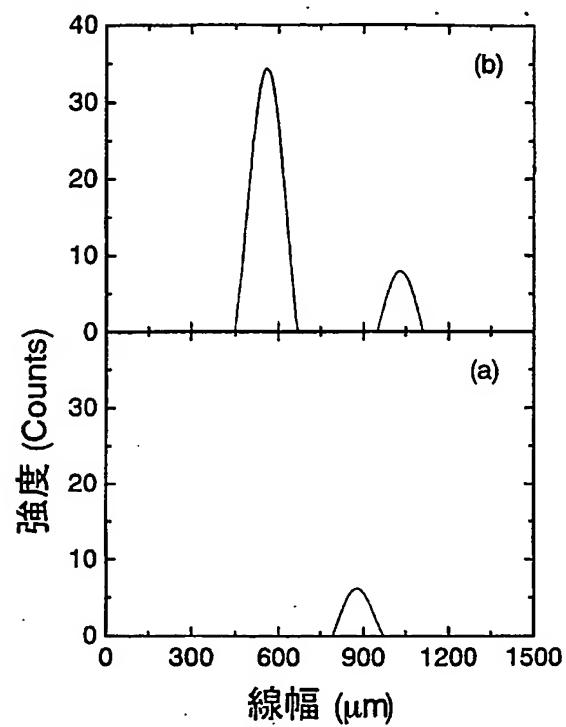
【図2】実施例1で作製したY字状光導波路の深さ方向における屈折率分布を示す図である。

【図3】実施例1で作製したスラブ型光導波路が光を導波することを確認するための、プリズムの反射強度測定結果を示す図である。

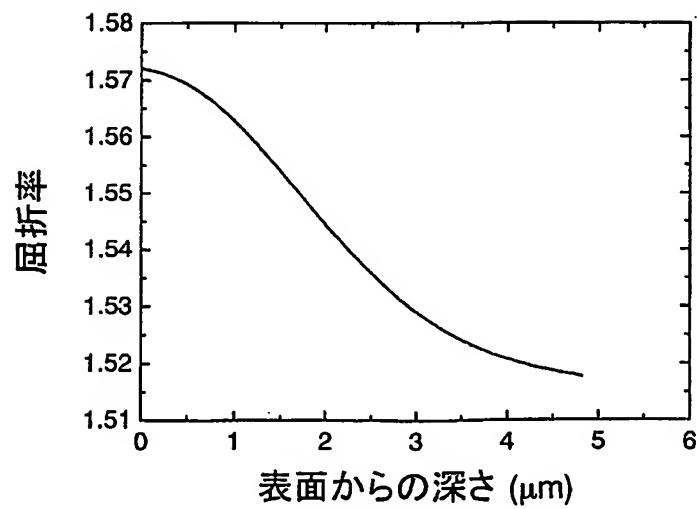
【図4】実施例2で作製したマイクロレンズの銀の分布（表層部）を示す図である。

【図5】実施例2で作製したマイクロレンズの深さ方向（円の中心部）の屈折率分布を示す図である。

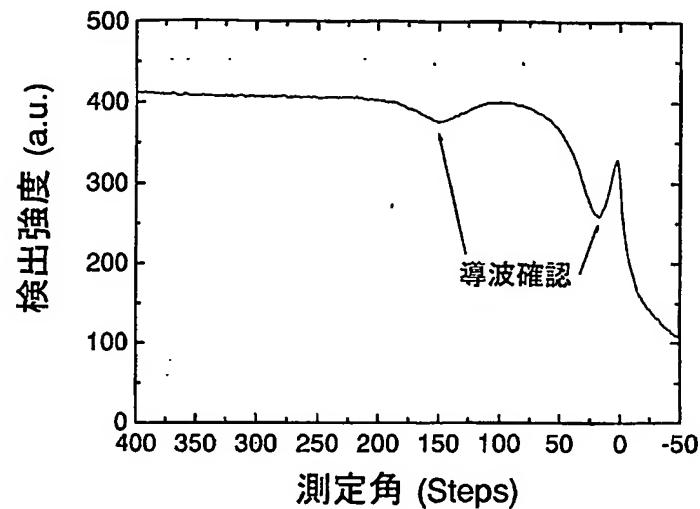
【書類名】図面  
【図1】



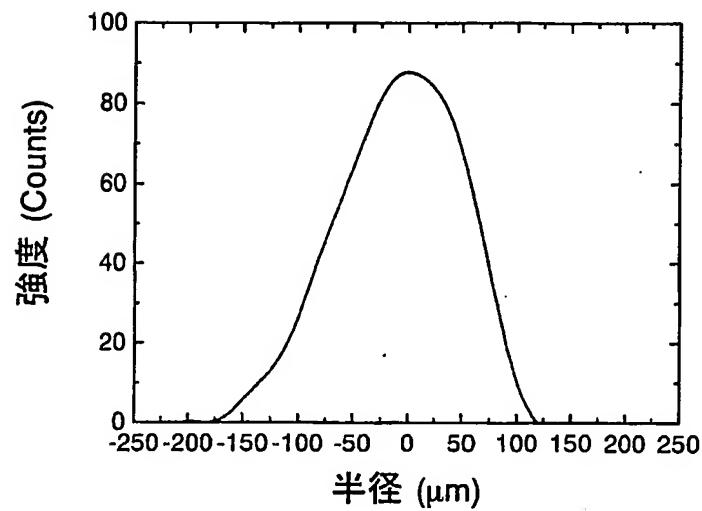
【図2】



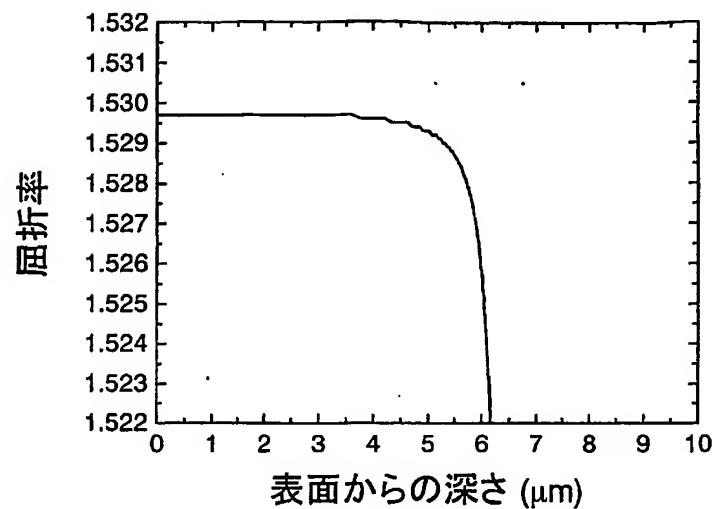
【図3】



【図4】



【図5】



【書類名】要約書

【要約】

【課題】薄膜堆積法のように高真空を必要とせず、また溶融塩を用いない光学素子の製造方法を提供する。

【解決手段】アルカリ金属成分をガラス構成成分として含むガラス基材に、リチウム化合物、カリウム化合物、ルビジウム化合物、セシウム化合物、銀化合物及びタリウム化合物から選ばれる少なくとも1種、有機樹脂並びに有機溶剤を含有するペーストを塗布し、ガラス基材の軟化温度より低い温度で熱処理することを特徴とする光学素子の製造方法。

【書類名】出願人名義変更届  
【提出日】平成17年 1月24日  
【あて先】特許庁長官 殿  
【事件の表示】  
【出願番号】特願2004- 44734  
【承継人】  
【識別番号】591110654  
【氏名又は名称】五鈴精工硝子株式会社  
【承継人】  
【識別番号】301021533  
【氏名又は名称】独立行政法人産業技術総合研究所  
【代表者】理事長 吉川 弘之  
【承継人代理人】  
【識別番号】100065215  
【弁理士】  
【氏名又は名称】三枝 英二  
【電話番号】06-6203-0941  
【手数料の表示】  
【予納台帳番号】001616  
【納付金額】4,200円  
【提出物件の目録】  
【包括委任状番号】9704779  
【物件名】委任状 1  
【援用の表示】平成16年9月7日付提出の代理権変更届に添付の委任状を援用する。

## 認定・付加情報

特許出願の番号	特願2004-044734
受付番号	50500118510
書類名	出願人名義変更届
担当官	鎌田 桢規 8045
作成日	平成17年 3月 7日

## &lt;認定情報・付加情報&gt;

## 【承継人】

【識別番号】	591110654
【住所又は居所】	大阪府大阪市西成区南津守6丁目3番6号
【氏名又は名称】	五鈴精工硝子株式会社

## 【承継人】

【識別番号】	301021533
【住所又は居所】	東京都千代田区霞が関1-3-1
【氏名又は名称】	独立行政法人産業技術総合研究所

## 【承継人代理人】

【識別番号】	100065215
【住所又は居所】	大阪府大阪市中央区道修町1丁目7番1号 北浜 TNKビル 三枝国際特許事務所
【氏名又は名称】	三枝 英二

特願 2004-044734

出願人履歴情報

識別番号

[591110654]

1. 変更年月日

1991年 3月 4日

[変更理由]

新規登録

住 所

大阪府大阪市西成区南津守6丁目3番6号

氏 名

五鈴精工硝子株式会社

特願 2004-044734

出願人履歴情報

識別番号

[301021533]

1. 変更年月日

2001年 4月 2日

[変更理由]

新規登録

住 所

東京都千代田区霞が関 1-3-1

氏 名

独立行政法人産業技術総合研究所

特願 2004-044734

出願人履歴情報

識別番号

[503360115]

1. 変更年月日

[変更理由]

住 所

氏 名

2003年10月 1日

新規登録

埼玉県川口市本町4丁目1番8号

独立行政法人 科学技術振興機構

2. 変更年月日

[変更理由]

住 所

氏 名

2004年 4月 1日

名称変更

埼玉県川口市本町4丁目1番8号

独立行政法人科学技術振興機構